

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representation of  
The original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



Deutsche Kl.: 12 o, 17/63

10

12 o, 22

12 o, 25

(3)

# Offenlegungsschrift 1543 178

Aktenzeichen: P. 15 43 178.4 (M 64424)

Anmeldetag: 6. März 1965

Offenlegungstag: 16. Juli 1969

- (1)
- (2)
- (3)
- (4)
- (5)
- (6)
- (7)
- (8)
- (9)
- (10)
- (11)
- (12)
- (13)
- (14)
- (15)
- (16)
- (17)
- (18)
- (19)
- (20)
- (21)
- (22)
- (23)
- (24)
- (25)
- (26)
- (27)
- (28)
- (29)
- (30)
- (31)
- (32)
- (33)
- (34)
- (35)
- (36)
- (37)
- (38)
- (39)
- (40)
- (41)
- (42)
- (43)
- (44)
- (45)
- (46)
- (47)
- (48)
- (49)
- (50)
- (51)
- (52)
- (53)
- (54)
- (55)
- (56)
- (57)
- (58)
- (59)
- (60)
- (61)
- (62)
- (63)
- (64)
- (65)
- (66)
- (67)
- (68)
- (69)
- (70)
- (71)
- (72)
- (73)
- (74)
- (75)
- (76)
- (77)
- (78)
- (79)
- (80)
- (81)
- (82)
- (83)
- (84)
- (85)
- (86)
- (87)
- (88)
- (89)
- (90)
- (91)
- (92)
- (93)
- (94)
- (95)
- (96)
- (97)
- (98)
- (99)
- (100)
- (101)
- (102)
- (103)
- (104)
- (105)
- (106)
- (107)
- (108)
- (109)
- (110)
- (111)
- (112)
- (113)
- (114)
- (115)
- (116)
- (117)
- (118)
- (119)
- (120)
- (121)
- (122)
- (123)
- (124)
- (125)
- (126)
- (127)
- (128)
- (129)
- (130)
- (131)
- (132)
- (133)
- (134)
- (135)
- (136)
- (137)
- (138)
- (139)
- (140)
- (141)
- (142)
- (143)
- (144)
- (145)
- (146)
- (147)
- (148)
- (149)
- (150)
- (151)
- (152)
- (153)
- (154)
- (155)
- (156)
- (157)
- (158)
- (159)
- (160)
- (161)
- (162)
- (163)
- (164)
- (165)
- (166)
- (167)
- (168)
- (169)
- (170)
- (171)
- (172)
- (173)
- (174)
- (175)
- (176)
- (177)
- (178)
- (179)
- (180)
- (181)
- (182)
- (183)
- (184)
- (185)
- (186)
- (187)
- (188)
- (189)
- (190)
- (191)
- (192)
- (193)
- (194)
- (195)
- (196)
- (197)
- (198)
- (199)
- (200)
- (201)
- (202)
- (203)
- (204)
- (205)
- (206)
- (207)
- (208)
- (209)
- (210)
- (211)
- (212)
- (213)
- (214)
- (215)
- (216)
- (217)
- (218)
- (219)
- (220)
- (221)
- (222)
- (223)
- (224)
- (225)
- (226)
- (227)
- (228)
- (229)
- (230)
- (231)
- (232)
- (233)
- (234)
- (235)
- (236)
- (237)
- (238)
- (239)
- (240)
- (241)
- (242)
- (243)
- (244)
- (245)
- (246)
- (247)
- (248)
- (249)
- (250)
- (251)
- (252)
- (253)
- (254)
- (255)
- (256)
- (257)
- (258)
- (259)
- (260)
- (261)
- (262)
- (263)
- (264)
- (265)
- (266)
- (267)
- (268)
- (269)
- (270)
- (271)
- (272)
- (273)
- (274)
- (275)
- (276)
- (277)
- (278)
- (279)
- (280)
- (281)
- (282)
- (283)
- (284)
- (285)
- (286)
- (287)
- (288)
- (289)
- (290)
- (291)
- (292)
- (293)
- (294)
- (295)
- (296)
- (297)
- (298)
- (299)
- (300)
- (301)
- (302)
- (303)
- (304)
- (305)
- (306)
- (307)
- (308)
- (309)
- (310)
- (311)
- (312)
- (313)
- (314)
- (315)
- (316)
- (317)
- (318)
- (319)
- (320)
- (321)
- (322)
- (323)
- (324)
- (325)
- (326)
- (327)
- (328)
- (329)
- (330)
- (331)
- (332)
- (333)
- (334)
- (335)
- (336)
- (337)
- (338)
- (339)
- (340)
- (341)
- (342)
- (343)
- (344)
- (345)
- (346)
- (347)
- (348)
- (349)
- (350)
- (351)
- (352)
- (353)
- (354)
- (355)
- (356)
- (357)
- (358)
- (359)
- (360)
- (361)
- (362)
- (363)
- (364)
- (365)
- (366)
- (367)
- (368)
- (369)
- (370)
- (371)
- (372)
- (373)
- (374)
- (375)
- (376)
- (377)
- (378)
- (379)
- (380)
- (381)
- (382)
- (383)
- (384)
- (385)
- (386)
- (387)
- (388)
- (389)
- (390)
- (391)
- (392)
- (393)
- (394)
- (395)
- (396)
- (397)
- (398)
- (399)
- (400)
- (401)
- (402)
- (403)
- (404)
- (405)
- (406)
- (407)
- (408)
- (409)
- (410)
- (411)
- (412)
- (413)
- (414)
- (415)
- (416)
- (417)
- (418)
- (419)
- (420)
- (421)
- (422)
- (423)
- (424)
- (425)
- (426)
- (427)
- (428)
- (429)
- (430)
- (431)
- (432)
- (433)
- (434)
- (435)
- (436)
- (437)
- (438)
- (439)
- (440)
- (441)
- (442)
- (443)
- (444)
- (445)
- (446)
- (447)
- (448)
- (449)
- (450)
- (451)
- (452)
- (453)
- (454)
- (455)
- (456)
- (457)
- (458)
- (459)
- (460)
- (461)
- (462)
- (463)
- (464)
- (465)
- (466)
- (467)
- (468)
- (469)
- (470)
- (471)
- (472)
- (473)
- (474)
- (475)
- (476)
- (477)
- (478)
- (479)
- (480)
- (481)
- (482)
- (483)
- (484)
- (485)
- (486)
- (487)
- (488)
- (489)
- (490)
- (491)
- (492)
- (493)
- (494)
- (495)
- (496)
- (497)
- (498)
- (499)
- (500)
- (501)
- (502)
- (503)
- (504)
- (505)
- (506)
- (507)
- (508)
- (509)
- (510)
- (511)
- (512)
- (513)
- (514)
- (515)
- (516)
- (517)
- (518)
- (519)
- (520)
- (521)
- (522)
- (523)
- (524)
- (525)
- (526)
- (527)
- (528)
- (529)
- (530)
- (531)
- (532)
- (533)
- (534)
- (535)
- (536)
- (537)
- (538)
- (539)
- (540)
- (541)
- (542)
- (543)
- (544)
- (545)
- (546)
- (547)
- (548)
- (549)
- (550)
- (551)
- (552)
- (553)
- (554)
- (555)
- (556)
- (557)
- (558)
- (559)
- (560)
- (561)
- (562)
- (563)
- (564)
- (565)
- (566)
- (567)
- (568)
- (569)
- (570)
- (571)
- (572)
- (573)
- (574)
- (575)
- (576)
- (577)
- (578)
- (579)
- (580)
- (581)
- (582)
- (583)
- (584)
- (585)
- (586)
- (587)
- (588)
- (589)
- (590)
- (591)
- (592)
- (593)
- (594)
- (595)
- (596)
- (597)
- (598)
- (599)
- (600)
- (601)
- (602)
- (603)
- (604)
- (605)
- (606)
- (607)
- (608)
- (609)
- (610)
- (611)
- (612)
- (613)
- (614)
- (615)
- (616)
- (617)
- (618)
- (619)
- (620)
- (621)
- (622)
- (623)
- (624)
- (625)
- (626)
- (627)
- (628)
- (629)
- (630)
- (631)
- (632)
- (633)
- (634)
- (635)
- (636)
- (637)
- (638)
- (639)
- (640)
- (641)
- (642)
- (643)
- (644)
- (645)
- (646)
- (647)
- (648)
- (649)
- (650)
- (651)
- (652)
- (653)
- (654)
- (655)
- (656)
- (657)
- (658)
- (659)
- (660)
- (661)
- (662)
- (663)
- (664)
- (665)
- (666)
- (667)
- (668)
- (669)
- (670)
- (671)
- (672)
- (673)
- (674)
- (675)
- (676)
- (677)
- (678)
- (679)
- (680)
- (681)
- (682)
- (683)
- (684)
- (685)
- (686)
- (687)
- (688)
- (689)
- (690)
- (691)
- (692)
- (693)
- (694)
- (695)
- (696)
- (697)
- (698)
- (699)
- (700)
- (701)
- (702)
- (703)
- (704)
- (705)
- (706)
- (707)
- (708)
- (709)
- (710)
- (711)
- (712)
- (713)
- (714)
- (715)
- (716)
- (717)
- (718)
- (719)
- (720)
- (721)
- (722)
- (723)
- (724)
- (725)
- (726)
- (727)
- (728)
- (729)
- (730)
- (731)
- (732)
- (733)
- (734)
- (735)
- (736)
- (737)
- (738)
- (739)
- (740)
- (741)
- (742)
- (743)
- (744)
- (745)
- (746)
- (747)
- (748)
- (749)
- (750)
- (751)
- (752)
- (753)
- (754)
- (755)
- (756)
- (757)
- (758)
- (759)
- (760)
- (761)
- (762)
- (763)
- (764)
- (765)
- (766)
- (767)
- (768)
- (769)
- (770)
- (771)
- (772)
- (773)
- (774)
- (775)
- (776)
- (777)
- (778)
- (779)
- (780)
- (781)
- (782)
- (783)
- (784)
- (785)
- (786)
- (787)
- (788)
- (789)
- (790)
- (791)
- (792)
- (793)
- (794)
- (795)
- (796)
- (797)
- (798)
- (799)
- (800)
- (801)
- (802)
- (803)
- (804)
- (805)
- (806)
- (807)
- (808)
- (809)
- (810)
- (811)
- (812)
- (813)
- (814)
- (815)
- (816)
- (817)
- (818)
- (819)
- (820)
- (821)
- (822)
- (823)
- (824)
- (825)
- (826)
- (827)
- (828)
- (829)
- (830)
- (831)
- (832)
- (833)
- (834)
- (835)
- (836)
- (837)
- (838)
- (839)
- (840)
- (841)
- (842)
- (843)
- (844)
- (845)
- (846)
- (847)
- (848)
- (849)
- (850)
- (851)
- (852)
- (853)
- (854)
- (855)
- (856)
- (857)
- (858)
- (859)
- (860)
- (861)
- (862)
- (863)
- (864)
- (865)
- (866)
- (867)
- (868)
- (869)
- (870)
- (871)
- (872)
- (873)
- (874)
- (875)
- (876)
- (877)
- (878)
- (879)
- (880)
- (881)
- (882)
- (883)
- (884)
- (885)
- (886)
- (887)
- (888)
- (889)
- (890)
- (891)
- (892)
- (893)
- (894)
- (895)
- (896)
- (897)
- (898)
- (899)
- (900)
- (901)
- (902)
- (903)
- (904)
- (905)
- (906)
- (907)
- (908)
- (909)
- (910)
- (911)
- (912)
- (913)
- (914)
- (915)
- (916)
- (917)
- (918)
- (919)
- (920)
- (921)
- (922)
- (923)
- (924)
- (925)
- (926)
- (927)
- (928)
- (929)
- (930)
- (931)
- (932)
- (933)
- (934)
- (935)
- (936)
- (937)
- (938)
- (939)
- (940)
- (941)
- (942)
- (943)
- (944)
- (945)
- (946)
- (947)
- (948)
- (949)
- (950)
- (951)
- (952)
- (953)
- (954)
- (955)
- (956)
- (957)
- (958)
- (959)
- (960)
- (961)
- (962)
- (963)
- (964)
- (965)
- (966)
- (967)
- (968)
- (969)
- (970)
- (971)
- (972)
- (973)
- (974)
- (975)
- (976)
- (977)
- (978)
- (979)
- (980)
- (981)
- (982)
- (983)
- (984)
- (985)
- (986)
- (987)
- (988)
- (989)
- (990)
- (991)
- (992)
- (993)
- (994)
- (995)
- (996)
- (997)
- (998)
- (999)
- (1000)

—

Aktenzeichen: P. 15 43 178.4 (M 64424)

Anmeldetag: 6. März 1965

Offenlegungstag: 16. Juli 1969

—

Unionspriorität

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von Polysocyanaten mit Biuretstruktur

—

Zusatz zu:

Ausscheidung aus:

—

Anmelder: Mobay Chemical Company, Pittsburgh, Pa. (V. St. A.)

Vertreter: Knoblauch, H., Rechtsanwalt, 5090 Leverkusen

—

Als Erfinder benannt: Britain, J. W., New Martinsville, W. Va. (V. St. A.)

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): 4. 6. 1968

—

1543178

Patentansprüche

- 1.) Verfahren zur Herstellung von Polyisocyanaten mit Biuretstruktur, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens 2,5 Mol eines aliphatischen oder cycloaliphatischen Diisocyanats mit 1 Mol eines einwertigen tertiären Alkohols bei Temperaturen von mindestens 70° umgesetzt werden.
- 2.) Verfahren nach Anspruch 1.), dadurch gekennzeichnet, daß die Umsetzung bei Temperaturen zwischen 150 und 205° erfolgt.
- 3.) Verfahren nach Anspruch 2.), dadurch gekennzeichnet, daß mindestens 3 Mol eines Diisocyanats mit 1 Mol Alkohol umgesetzt werden.
- 4.) Verfahren nach Anspruch 1.) bis 3.), dadurch gekennzeichnet, daß als Diisocyanate Hexamethylendiisocyanat, das Isomerengemisch aus 1-Methyl-2,4-diisocyanatocyclohexan und 1-Methyl-2,6-diisocyanatocyclohexan oder bis-(4-Isocyanatocyclohexyl)-methan verwendet werden.
- 5.) Verfahren nach Anspruch 1.) bis 4.), dadurch gekennzeichnet, daß als Alkohol tert. Butylalkohol verwendet wird.

Dr. Egon

Leverkusen, den 3. März 1965

Hb/Mc.

Verfahren zur Herstellung von Polyisocyanaten mit  
Biuretstruktur

Polyisocyanate mit Biuretstruktur sind bekannt. Man erhält sie durch Umsetzung aromatischer Polyisocyanate mit Wasser oder Schwefelwasserstoff über die Zwischenstufen eines Harnstoff-Diisocyanats, an welches sich weiteres Diisocyanat über die Wasserstoffatome der Harnstoff-Gruppen anlagert. Diese Verfahren haben den Nachteil, daß sich unerwünschte Festkörper bilden, die die Apparaturen verstopfen und deren regelmäßige Stilllegung und Reinigung erfordern.

Gegenstand der Erfindung ist ein verbessertes Verfahren zur Herstellung von Polyisocyanaten mit Biuretstruktur, welches diese Nachteile ausschalten gestattet. Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß mindestens 2,5 Mol eines aliphatischen oder eines cycloaliphatischen Diisocyanats mit 1 Mol eines eisessigtertiären Alkohols bei Temperaturen von mindestens 70°C umgesetzt werden.

909828/1668

No 672

Blatt-eNo 672

Die Umsetzung verläuft über die Bildung eines ungesättigten Kohlenwasserstoffs, die Entwicklung von Kohlendioxyd und über die nicht isolierten Zwischenstufen eines Harnstoffdiisocyanats, aus welchem sich dann das Polyisocyanat mit Biuretstruktur bildet. Erstaunlicherweise treten dabei keine Feststoffe auf. Die ungesättigten Kohlenwasserstoffe können als Nebenprodukt auskondensiert und das gebildete Kohlendioxyd kann an geeignete Mittel wie z. B. Ascarit absorbiert werden. Die entwickelte Kohlendioxymenge gibt eine Anzeige über den Fortschritt der Reaktion. Das gewünschte Verfahrensprodukt verbleibt im Reaktionsgefäß ohne eine störende Bildung von Feststoffen.

Geeignete aliphatische oder cycloaliphatische Diisocyanate als Ausgangsmaterialien sind z. B.: Athyldendiisocyanat, Butylendiisocyanat, Pentamethylendiisocyanat, Hexamethylendiisocyanat, 1,3-Cyclopentylendiisocyanat, 1,4-Cyclohexylendiisocyanat, 1,2-Cyclohexylen-diisocyanat, Hexahydroxylendiisocyanat, Dichlorhexamethylendiisocyanat, 4,4'-Dicyclohexyldiisocyanat, 1,2-Di-(isocyanatomethyl)-cyclobutan, Transvinylendiisocyanat, Ithergruppen enthaltende aliphatische Diisocyanate wie 1,3-bis-( $\gamma$ -Isocyanatopropoxy)-2,2-dimethylpropan, 1,3-bis-( $\gamma$ -Isocyanatopropoxy)-2-methyl-2-propylpropan, 1-Methyl-2,4-diisocyanatohexan, 1-Methyl-2,6-diisocyanatohexan, bis-(4-Isocyanatoethylhexyl)-methan, 1,4-Diisocyanatohexan und 1,3-Diisocyanatohexan.

No 672

- 2 -

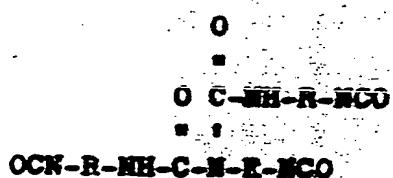
909828/1669

An einwertigen tertären Alkoholen sind beispielsweise zu nennen: tert. Butylalkohol, 2-Methyl-2-butanol, 2-Methyl-2-pentanol, 3-Methyl-3-pentanol, 3-Ethyl-3-pentanol, 3-Ethyl-3-nonanol, 3-Methyl-1-butyn-3-ol, 3-Methyl-1-pentyn-3-ol, 3,5-Dimethyl-1-hexyn-3-ol, 1-Methylecyclopentanol, 1-Methylecyclohexanol, 1-Ethylcyclohexanol, 1,1-Diphenylmethanol, 1,1,2-Triphenylmethanol.

Bevorzugte Diisocyanate sind: Hexamethyldiisocyanat, das Isomeren-Gemisch aus 1-Methyl-2,4-diisocyanato-cyclohexan und 1-Methyl-2,6-diisocyanato-cyclohexan, sowie bis-(4-Isocyanato-cyclohexyl)-methan. Bevorzugter Alkohol ist der tert. Butylalkohol.

Es werden mindestens 2,5 Mol des Diisocyanats mit 1 Mol Alkohol umgesetzt. Es ist bevorzugt, mindestens 3 Mol Diisocyanat einzutzen. Ein optimales Ergebnis wird mit 9 Mol Diisocyanat erzielt. Wird in sehr hoher Überschuss an Diisocyanat gebraucht, so kann es wünschenswert sein, nicht umgesetztes Diisocyanat vom Verfahrensprodukt durch Destillation oder Extraktion zu trennen, wobei es sich empfiehlt, nicht zu hohe Temperaturen für längere Zeit zu gebrauchen. Ein Dünnschichtverdampfer oder ein Rapidverdampfer ist empfehlenswert. Wird kein wesentlicher Überschuss an Diisocyanat eingesetzt, so ist eine Trennung nicht notwendig, wie es überhaupt erwünscht sein kann, das Polyisocyanat mit Biuretstruktur im Gemisch mit monomerem Diisocyanat zu belassen.

Die Temperatur für die erforderungsweise Umsetzung muss mindestens  $70^{\circ}$  betragen. Ein bevorzugter Temperaturbereich liegt zwischen  $150$  und  $205^{\circ}$ . Die erhaltenen Polyisocyanate mit Biuretstruktur haben die Formel



in der R den aliphatischen oder cycloaliphatischen Rest des Diisocyanats bedeutet. Wird die Temperatur von  $205^{\circ}$  überschritten, so kann Überschüssiges Diisocyanat mit den Wasserstoffatomen der Biuretstruktur zu höherfunktionalen Isocyanaten reagieren, was in allgemeinen wegen der Bildung von Feststoffen nicht erwünscht ist.

Die Mitverwendung von Katalysatoren ist im allgemeinen nicht notwendig. Zur Beschleunigung der Reaktion können etwa Bortrifluorid, Schieferkohle, Phosphorsäure, phosphorige Säure, Salzsäure oder Aluminiumtrichlorid infrage kommen.

Die Reaktion wird im allgemeinen in der Schmelze durchgeführt, kann jedoch auch in inertem Lösungsmitteln wie Dioxan, Tetrahydrofuran, Triethylenglycoldimethat, Toluol, Benzol, Chlorbenzol, o-Dichlorbenzol, Butylacetat, Acrylglykol-monoethyläther-acetat

902628/1502

No. 672

07

1543173

5

n 672

Blatt 5

oder Methylchlorid vorgenommen werden.

Die Polyisocyanate mit Biuretstruktur sind wertvolle Ausgangsmaterialien für die Herstellung und Modifizierung von Kunststoffen nach dem Isocyanat-Polyadditions-Verfahren, insbesondere zur Herstellung lichtdichter Lacküberzüge.

No 673

- 3 -

900000/10000

08 - 1543178

6

No 672

Blatt 6

Beispiel 1

In einem mit Heizmantel, Thermometer und Kühler mit Ascarit-Absorber und Trockeneis-Aceton-Kühlfalle ausgerüsteten Reaktionsgefäß werden 100 Gewichtsteile Hexamethylendiisocyanat und 5 Gewichtsteile tert. Butylalkohol gemischt. Man erhitzt und steigert die Temperatur langsam. Bei  $150^{\circ}$  wird die Entwicklung von Kohlendioxyd beobachtet. Bei  $195$  bis  $200^{\circ}$  zeigt sich lebhafte Reaktion. In der Kühlfalle bildet sich eine Flüssigkeit von kohlenwasserstoffartigem Geruch. Es handelt sich um Isobuten. Die Temperatur im Reaktionsgefäß wird 60 Minuten bei  $200$  bis  $205^{\circ}$  gehalten. Dann wird abgekühlt. Nicht umgesetztes Hexamethylendiisocyanat wird vom gebildeten Polyisocyanat mit Biuretstruktur durch Destillation abgetrennt. Man erhält 28,4 Gewichtsteile eines flüssigen, von Feststoffen freien Biurettriisocyanats als Rückstand im Destillationsgefäß. Amin-Equivalent 197,1 ; NCO-Gehalt 21,3%.

Beispiel 2

In der Verfahrensweise nach Beispiel 1 werden 1,2-Di-(isocyanatomethyl)-cyclobutan und 3-Methyl-3-pentanol umgesetzt. Die Umsetzung beginnt bei  $95^{\circ}$ , wie die Kohlendioxyd-Entwicklung zeigt. Man erhält ein flüssiges Polyisocyanat mit Biuretstruktur, welches praktisch frei von Feststoffen ist.

No 672

- 6 -

999828 / 1669

~~Blatt 2~~Beispiel 3

In der Verrahrensweise nach Beispiel 1 werden den dort genannten Reaktionskomponenten 0,001 Gewichtsteile konzentrierte Schwefelsäure zugesetzt. Die Umsetzung beginnt bei  $70^\circ$ , wie die Kohlendioxyd-Entwicklung zeigt. Das erhaltene Polyisocyanat mit Biuretstruktur entspricht dem Isocyanat aus Beispiel 1.

Beispiel 4

In einem mit Heizmantel, Thermometer und Kühler mit Ascarit-Absorber und Trockeneis-Aceton-Kühlfalle ausgerüsteten Reaktionsgefäß werden 100 Gewichtsteile Hexamethylenendiisocyanat, 100 Gewichtsteile Triethylenglykoldiacetat und 15 Gewichtsteile tert. Butylalkanol vermischt. Man erwärmt und läßt die Temperatur langsam steigen. Bei etwa  $145^\circ$  beginnt die Entwicklung von Kohlendioxid. Bei  $195$  bis  $200^\circ$  zeigt sich eine lebhafte Reaktion. Man hält die Temperatur im Reaktionsgefäß eine Stunde auf  $200$  bis  $205^\circ$  und kühlt dann ab. Die erhaltene Lösung läßt sich direkt als Lösung eines Polyisocyanats mit Biuretstruktur verwenden. Sie kann auch durch Abdestillieren des Lösungsmittels unter verminderter Druck konzentriert werden.

No 672

- 7 -

909828/1669